7890A GC を用いた 低圧リテンションタイムロッキング

アプリケーション

HPI

著者

Russell Kinghorn and Courtney Milner
BST, 41 Greenaway Street
Bulleen, VIC 3105
Australia

Matthew S. Klee
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808
USA

要旨

リテンションタイムロッキングは、10 年以上前に Agilent 6890 ガスクロマトグラフに導入されました。アジレントの次世代 GC である 7890A では、少数点以下 3 桁まで圧力制御が可能なエレクトロニックニューマティクスコントロールシステム (EPC) が標準搭載され、以前からある機能が強化、拡張されています。このアプリケーションノートでは、5975 GC/MSD で内径 320 µm のカラムを使用し、注入口圧力が低い場合においてもリテンションタイムロッキングが可能な EPC システムの能力を説明します。

緒言

6890 GC へのリテンションタイムロッキング (RTL) の導入により、カラムの切断、交換を行っても化合物のリテンションタイムを変化させず、常に一定のリテンションタイムが得られるという画期的な手段が可能になりました。複数のシステムで同じメソッドを実行し、同じリテンションタイムを得ることも可能です。また、eMethod の導入により、これらのメソッドの移行も更に強化しました。

大部分の RTL のメソッドは GC/MS システムで作成されています。この場合、30 m x 内径 0.25 µm カラムの標準ヘッド圧は 10 psi 以上です。小数点以下 2 桁、上記カラムでは 4 桁の圧力設定値 (例 11.54 psig) により、同一システム、または、他のシステムにおいても優れた RTL の精度が得られます。

GC メソッド開発において重要な点は最適なカラムを選択することです。現実的には、サンプルの特性と分析目的 (対象成分、複雑さ、必要な検出下限、サンプルのマトリクス) が完全に明らかな場合に限り決定することができます。内径の太いカラムは、細いカラムよりも耐久性と試料負荷量の利点を持ちます。カラムの径を太くすればするほど、最適流量での注入口圧力は低くなります。しかし、正確な RTL を行うには、非常に精密に圧力を設定する能力が必要です。小数点以下 2 桁の精度では、内径 0.32 µm のカラムを使用する際など、低圧 (例 1.28 psig) では RTL の精度が低くなります。

7890 GC の第 5 世代 EPC においては優れた低圧制御を行い、圧力の小数点以下 3 桁の制御により、低圧での RTL に必要とされる精度を得ることが可能です。このアプリケーションノートでは、320 µm カラムを用い、7890GC での低圧 RTL を評価し、またアプリケーションノート 5989-6569JAJP、『Agilent 6890/5973 GC/MSD メソッドの 7890/5975 GC/MSD への信頼性の高い転送』でのメソッドを使用します。

実験

使用するメソッドは、アジレントメソッドトランスレーションソフトウェアを用い、内径 250 µm のカラムから 320 µm のメソッドに変換しました。10 ppb ～ 5 ppm 標準試料を分析し、その後、カラムを約 45 cm 切り、メソッドを再び RTL し、評価を行いました。

表 1. メソッド条件

カラム	HP-5 25 m × 0.32 µm × 0.52 µm P/N 19091J-112
キャリアガス	ヘリウム、定圧モード – 3.761 psi
RTL ピーク	11.112 分のフルオランテン
スプリット/スプリットレス注入口	300 °C、パルスドスプリットレス、 0.3 分で 7 psi パージ流量 50 mL/min (0.75 分)
オーブン	55 °C (1.1 分) ～ 22.88 °C/分 ～ 320 °C (6.5 分)
サンプル	1 µL 注入、0.01 ～ 5 ppm の濃度範囲の PAH
MSD	スキャン 45 ～ 400 u サンプル = 2[2] オートチューン EM + 200 V イオン源 = 230 °C 四重極 = 150 °C トランスファライン = 280 °C

結果と考察

16 種類の多環芳香族炭化水素 (PAH) をテストサンプルとしました。これらの成分は物理的性質が広範囲であり、分離が困難な成分が含まれています。このため、リテンションタイムの精度をできる限り高くし、対象ピークの正確な同定を行う必要があります。

0.01 ～ 5 ppm の濃度で 3 回分析を行いました。表 2 に、リテンションタイムの平均値、相関係数を示します。

表 2 の初期リテンションタイムの注入口圧力は 3.761 psig でした。この値は、リテンションタイムのキャリブレーションにより、フルオランテンを 11.112 分にするように設定されたものです。表 3 に RTL のキャリブレーションデータを示します。

表 3. RTL データ

分析	圧力 (psi)*	リテンションタイム (分)	偏差 (秒)
RTLOCK1.D	3.01	11.212	6.018
RTLOCK2.D	3.38	11.166	3.264
RTLOCK3.D	3.76	11.112	0.000
RTLOCK4.D	4.14	11.070	–2.508
RTLOCK5.D	4.51	11.020	–5.508
最大偏差		6.018 秒	
相関係数		0.999	

* RTL のキャリブレーションを行う際は少数点以下 2 桁の圧力設定ですが、このキャリブレーションより求められる圧力は小数点以下 3 桁となります。

図 1 に、表 2 にまとめた各成分の検量線を示します。

表 2. 低圧 RTL のリテンションタイムロッキングの精度

	平均リテンションタイム	RSD (%)	キャリブレーション直線性 (r^2)	再固定前の RT	再固定 RT	再固定時の ΔRT
ナフタレン	5.884	0.055	0.997	5.809	5.876	0.008
アセナフチレン	7.753	0.045	0.997	7.676	7.746	0.007
アセナフテン	7.968	0.044	0.997	7.893	7.959	0.009
フルオレン	8.562	0.048	0.997	8.486	8.556	0.006
フェナントレン	9.702	0.089	0.997	9.621	9.692	0.010
アントラセン	9.752	0.044	0.996	9.671	9.746	0.006
フルオランテン	11.119	0.031	0.996	11.041	11.116	0.003
ピレン	11.388	0.090	0.996	11.308	11.383	0.005
クリセン	12.808	0.094	0.996	12.719	12.799	0.009
ベンズ [a] アントラセン	12.855	0.046	0.997	12.774	12.849	0.006
ベンズ [b] フルオランテン	14.285	0.045	0.995	14.168	14.277	0.008
ベンズ [k] フルオランテン	14.314	0.069	0.995	14.201	14.306	0.008
ベンズ [a] ピレン	14.815	0.035	0.996	14.686	14.807	0.008
インデノ [1,2,3-cd] ピレン	17.088	0.051	0.996	16.890	17.074	0.014
ジベンズ [a,h] アントラセン	17.098	0.066	0.995	16.903	17.082	0.016
ベンゾ [ghi] ペリレン	17.725	0.089	0.997	17.508	17.709	0.016

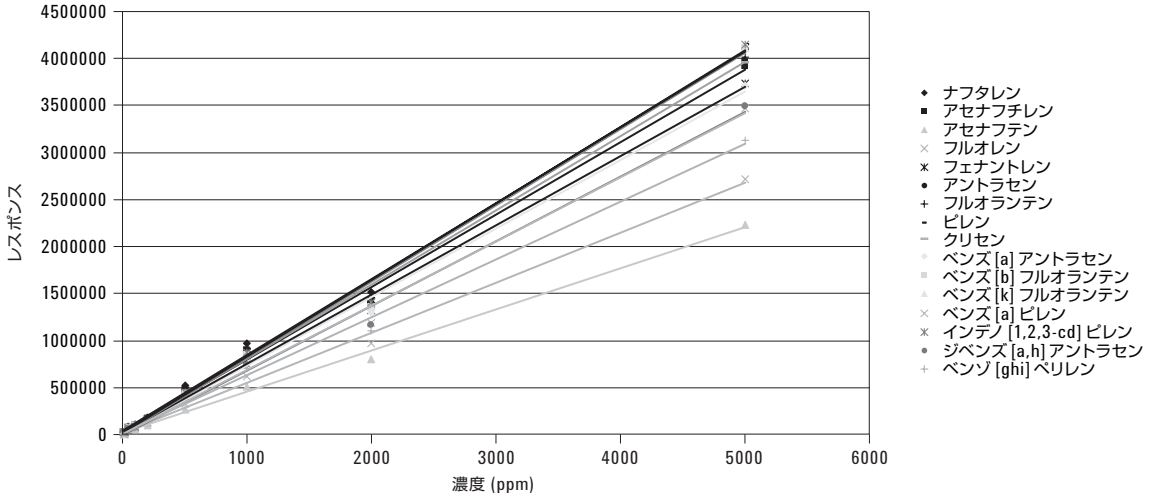

図 1.　低ヘッド圧で内径 320 µm カラムを用いた 16 種類の PAH の GC/MS 検量線

図 2 には繰り返し分析を行ったクロマトグラムの重ね描きを示しました。表 2 の通り非常に良好な再現性が確認できます。

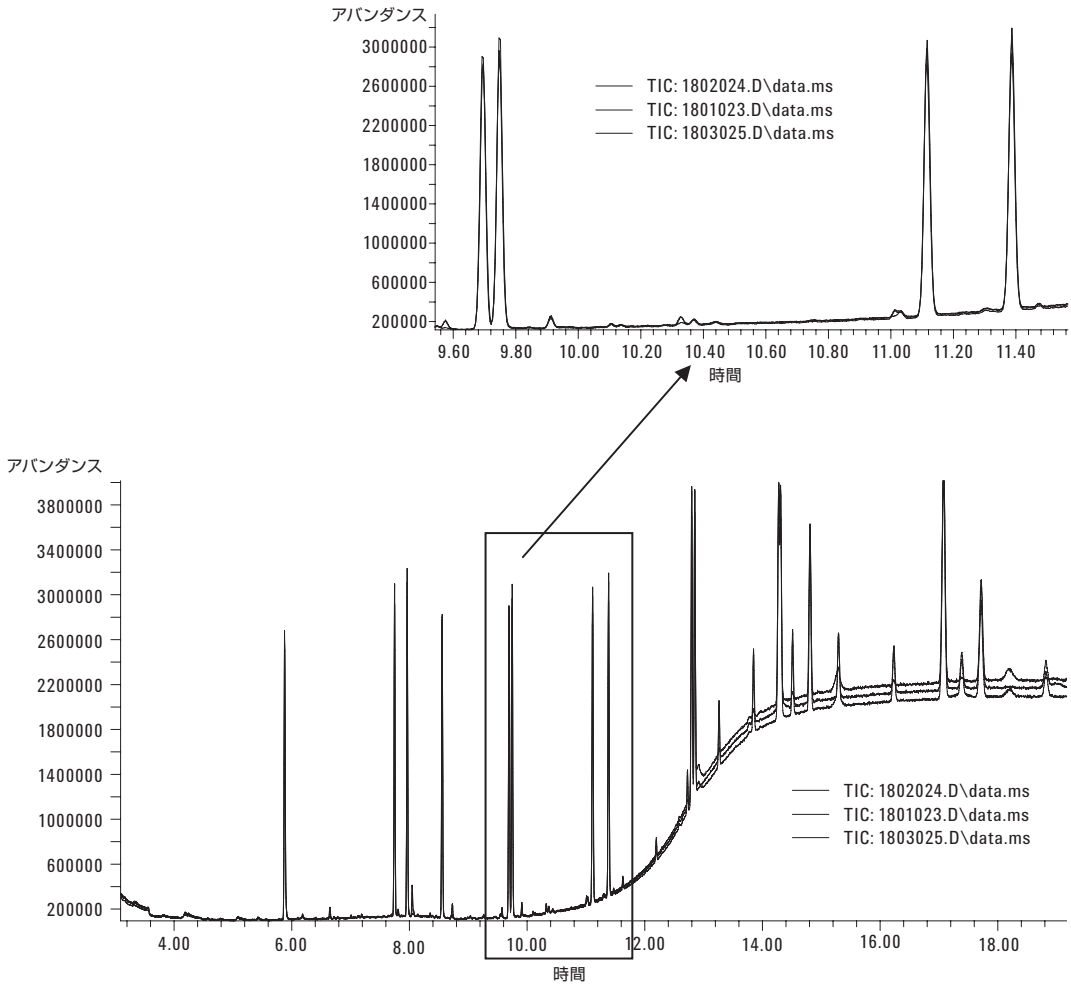

図 2.　2 ppm の標準試料を 3 回分析した重ね描き。フェナントレンからピレンまでの 4 つのピークの拡大図を含む。

日常的なメンテナンスを想定し、カラムを 45 cm 切断し分析を行いました。次にメソッドの RTL を行い、サンプルを再分析し、低圧での RTL の有効性を確認しました。メソッドの注入口圧力は 3.168 psig になりました。このようにカラムの切断によりリテンションタイムが変動しても、再度 RTL が可能です。

図 3 にはカラムを切断する前後のクロマトグラムの重ね描きを示します。図 4 にカラムを切断する前と、切断した後、再度 RTL を行ったクロマトグラムの重ね描きを示します。表 2 の最後の 2 列では、再度 RTL を行った際のリテンションタイムと元のリテンションタイムとの差を示しました。

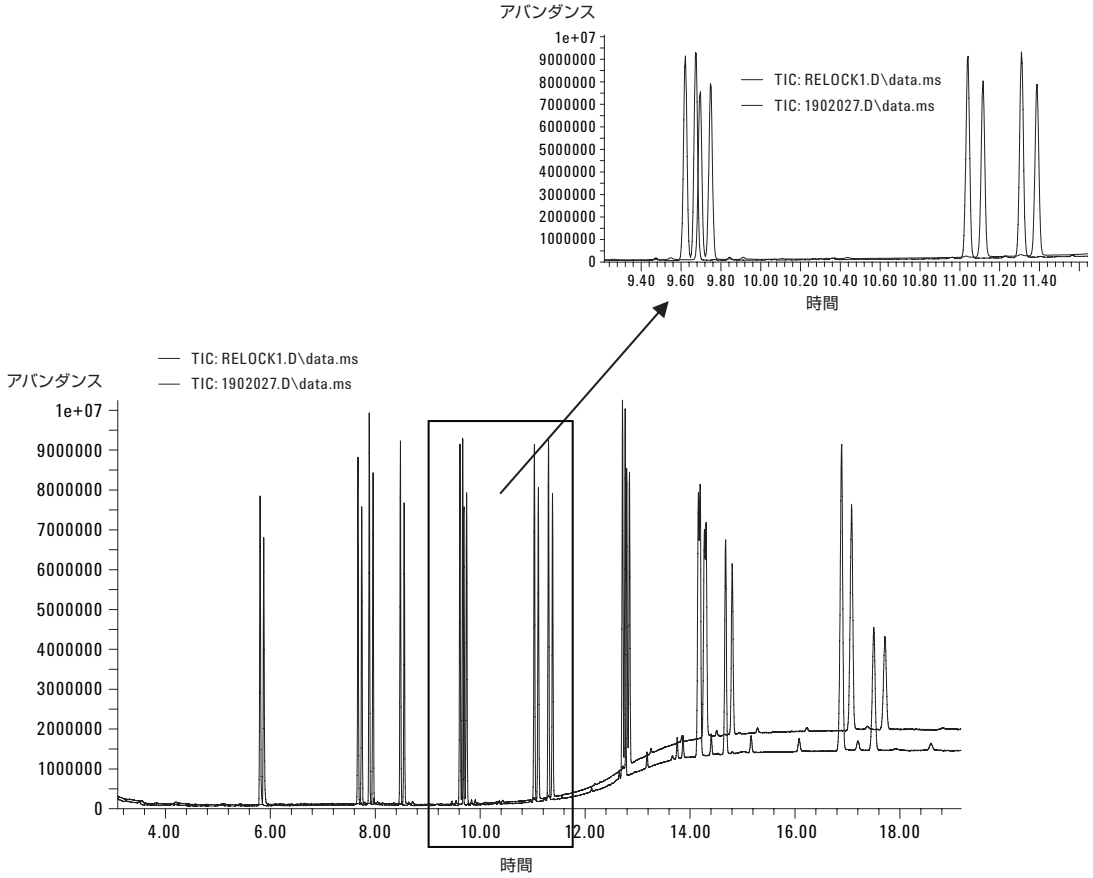

図 3. カラムメンテナンス前後の重ね描き。フェナントレンからピレンまでの 4 つのピークの拡大図を含む。

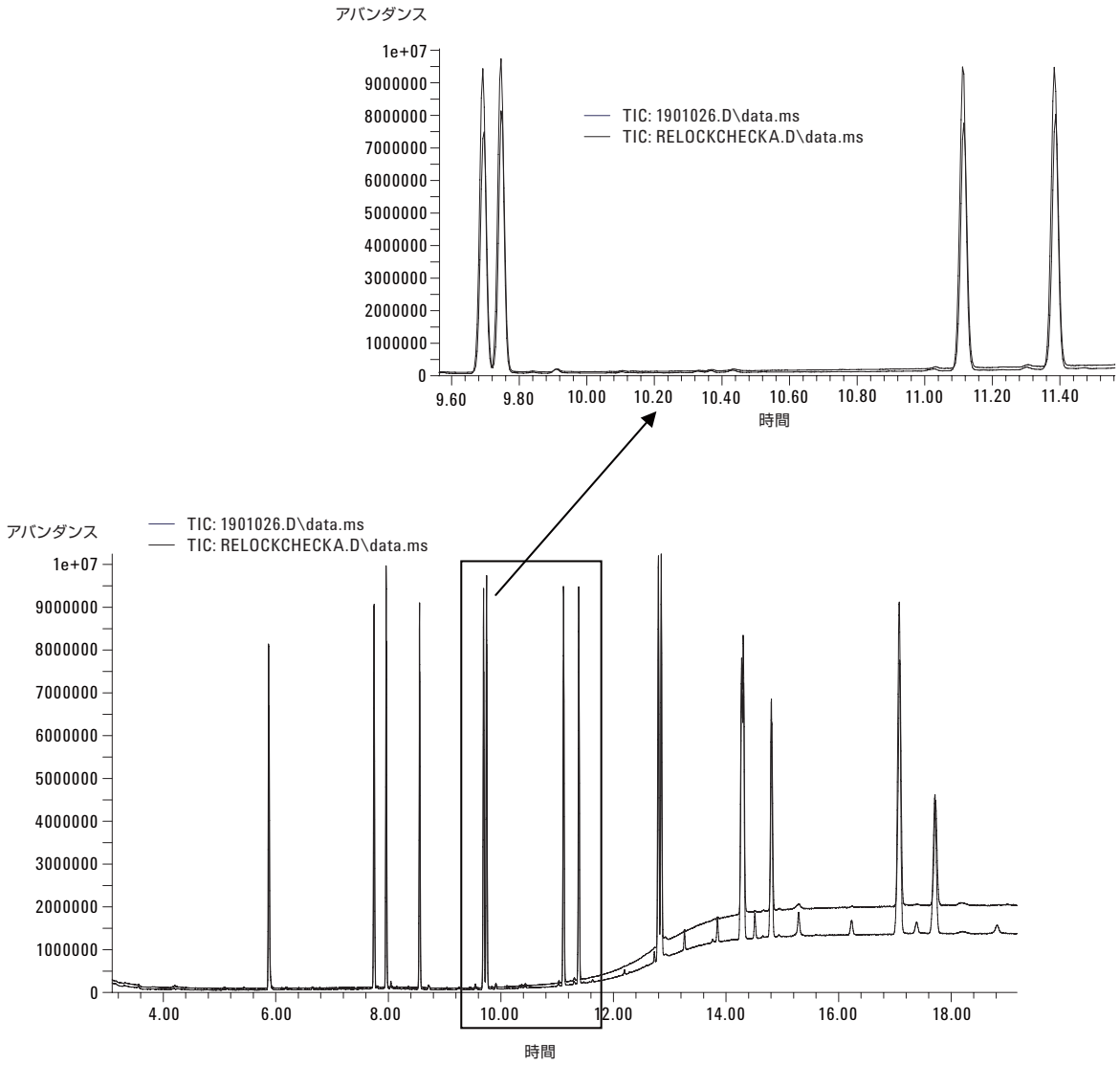

図 4. カラムメンテナンス前と、メンテナンス後の再度 RTL を行った分析の重ね描き。フェナントレンからピレンまでの 4 つのピークの拡大図を含む

結論

このアプリケーションノートでは、7890 GC において、GC/MS システムで 320 µm カラムを使用する場合のような、低圧 (5 psi 未満) での RTL が可能であることを確認しました。PAH 混合物を分析した際、カラムメンテナンスの前後での平均リテンションタイムの変動は 0.5 秒以内で、分離が難しいピークにおいても成分の同定が容易に可能となります。

詳細情報

弊社の製品およびサービスに関する詳細情報は、ホームページ www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。また、本文書掲載の装置類は薬事法に基づく登録は行っておりません。

本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書の複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Printed in Japan
April 8, 2008
5989-8366JAJP

Agilent Technologies